(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



## 

(43) 国際公開日 2004年4月8日(08.04.2004)

**PCT** 

(10) 国際公開番号 WO 2004/029185 A1

(51) 国際特許分類?:

C11B 7/00, A23D 9/00

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2003/012446

(22) 国際出願日:

2003年9月29日(29.09.2003)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2002-287928 2002年9月30日(30.09.2002) Љ 特願2003-324787 2003年9月17日(17.09.2003) JP

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 不二製 油株式会社 (FUJI OIL COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒542-0086 大阪府 大阪市 中央区西心斎橋 2 丁目 1 番 5号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 桑原 有司 (KUWABARA, Yuji) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐 野市 住吉町 1 番地 不二製油株式会社 阪南事業所 内 Osaka (JP). 金井 宜晃 (KANAL Nobuaki) [JP/JP]: 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二 製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 高橋 利明 (TAKAHASHI, Toshiaki) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1番地 不二製油株式会社 阪南事業 所内 Osaka (JP). 山中 祥弘 (YAMANAKA, Yoshihiro) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不

二製油株式会社 阪南事業所内 Osaka (JP). 倉盛 宏· (KURAMORI,Koichi) [JP/JP]; 〒598-8540 大阪府泉 佐野市 住吉町 1番地 不二製油株式会社 阪南事業 所内 Osaka (JP). 乾 佐知子 (INUL Sachiko) [JP/JP]; 〒 598-8540 大阪府 泉佐野市 住吉町 1 番地 不二製油株 式会社 阪南事業所内 Osaka (JP).

- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR. HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、 定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: DRY FRACTIONATION METHOD FOR FAT

(54) 発明の名称:油脂の乾式分別方法

(57) Abstract: It is intended to provide a dry fractionation method for fat whereby the performance for fractionating a fat into a high-melting fraction, a medium-melting fraction and a low-melting fraction can be improved to thereby preventing, in particular, the medium-melting fraction from worsening of the melting properties in the mouth and a decrease in the melting point with the passage of time and, in its turn, improving the melting properties in the mouth of a chocolate product which is produced by using the thus obtained hard butter for chocolates, etc. A method of fractionating a fat wherein a fraction (in particular, a medium-melting fraction) obtained by dry fractionation is efficiently separated from a high-melting fraction and a low-melting fraction mixed therewith. More specifically, a dry fractionation method which comprises heating a crystal fraction containing a large amount of 1,3-disaturated-2-unsaturated triglycerides to thereby melt the 1,3-disaturated-2-unsturated triglyceride components followed by solid/liquid separation of tri-saturated triglycerides as a crystal fraction, thereby achieving a favorable performance of fractionating 1,3-disaturated-2-unsaturated triglycerides and saturated triglycerides.

(57) 要約: 本発明は油脂を分画して得られる、高融点画分、中融点画分、低融点画分の分画性能を高めることで、 特に中融点画分の口溶けや経時的な融点低下を防ぎ、ひいてはこれを使用したチョコレート等のハードパター製品 用として、チョコレートの口溶けを良好にする油脂の乾式分画法を提供することを目的とする。油脂を分画する方 〇 法において、乾式分別により得られた画分、特に中融点画分中に混在する高融点画分、及び低融点画分を効率よく 分離する方法、特に、1、3ジ飽和-2不飽和トリグリセリドを多く含む結晶画分を昇温して1、3ジ飽和-2不飽 和トリグリセリド成分を融解し、トリ飽和グリセリドを結晶画分として固液分離することで、1,3ジ飽和–2不 ★ 飽和トリグリセリドとトリ飽和グリセリドの分画性能の良好な乾式分別法。

13.

10

## 明細書

## 油脂の乾式分別方法

## 5 技術分野

本発明は油脂の分別工程で得られる結晶画分の分画性能の高い油脂、特にハードバターなどのように常温で固状であり、体温付近で融解する、または液体である油脂に有用な油脂の乾式分別方法に関するものである。

## 背景技術

油脂の代表的な分別方法としては、原料油脂 をアルコールやアセトン、ヘキサン等の有機溶 剤にて分画する溶剤分別法と溶媒を用いずに 15 行う乾式分別法が知られている。乾式分別法は コストや安全性の面で溶剤分別法より好まし い方法であるが、溶剤分別法に比べて結晶画分 と液体画分の分離性能が低く、結晶画分にかな りの液体画分が混入するという問題がある。こ 20 のため、原油の分画に採用されることはあって も、硬化やエステル交換といった加工工程を経 て分子種の多くなった段階でハードバターをつ 得る段階の分別方法として乾式分別は殆ど採 用されなかった。一方、溶剤分別法の固液分離 25

性能は高いが、本発明者の知見によれば、特に連続した融点、近似した分子種をもつ異性化硬化油の分別に関しては、結晶画分の取り残しや液体画分の混入といった問題があり、未だ不十分である。

また、二段の分別工程により油脂の高融点画 分および低融点画分を除去し、中融点画分を得 ることが知られている。特にパーム油等を異性 化硬化した油脂を分別することにより得られ た中融点画分は、ココアバター代替脂としてチ 10 ョコレートの物性改良に使用されている。チョ コレート類に使用される油脂はハードバター と言われ、ココアバターや異性化硬化油の他に ラウリン系油脂等がある。異性化硬化油から溶 剤 分 別 に よ り 得 ら れ た 中 融 点 画 分 は コ コ ア バ 15 ターやラウリン系油脂と比較して口溶けが概 して悪く、シャープな融解曲線を有しない。ま た、中融点画分は経時的に高融点画分、低融点 画分に分離し、口溶けが悪化したり、低温ブル ームが生じやすいという欠点がある。これは本 20 発明者の知見によれば、結晶化時に起こる結晶 中への液体油の抱き込みや濾過時の分離性能、 および近似した融点のトリグリセリドの相互 溶解等の影響で分画が不十分であることが原 因である。これは、中融点画分に高融点画分・ 25

低融点画分が混入するため、結晶化当初の分子が均一に分散している混晶状態から、融点の近いもの同士が集まる共晶状態に経時的に変化するため、口溶けの悪化や軟化が生じるのではないかということが推定される。

上記欠点の改善を目的として吸着剤や結晶 改質剤を用い、乾式分別における固液分離効率 を高める方法が特開平 4-154897 号公報および 特表平 10-511420 号公報に開示されているが、 そのような方法は吸着剤処理による油脂分の 損失および結晶改質剤の除去が困難であると いう問題がある。また、特開平 4-306296 公報 では液体脂肪酸を含む固体脂肪酸を融点以下 の温度で加温し、液体成分を発汗させることで、 固液分離の効率を高める方法が開示溶媒を高める方法が開示溶媒を高める方法が開い溶媒を使せる。 分別法である点、及び近似したトリカなは足りのようで本発明とは異なることに対象である。 もでない点で本発明とは発生である。 また特開平 6-234695 公報である。 後に加圧し、次に降圧することに発生を行うことに発生を行うことの離効率をが、 の結晶を得る方法を開示してある。 発明とは異なるものである。

## 発明の開示

10

本発明は油脂を分画して得られる、結晶画分の分画性能を高めることで、特に中融点画分の口溶けや経時的な融点低下を防ぎ、ひいてターれを使用したチョコレート等のハードバター製品用として、チョコレートの品質を良ける油脂の乾式分画法を提供することを目的と20 する。

本発明者らは上記目的を達するために、鋭意研究を行った結果、油脂を分画する方法において、乾式分別により得られた画分、特に中融点画分中に混在する高融点画分、及び低融点画分 25 を効率よく分離する方法、特に、1,3ジ飽和

- 2 不飽和トリグリセリドを多く含む結晶画分を昇温して1,3 ジ飽和-2 不飽和トリドを多りでしてりませる。 ・ 対けないではかがります。 ・ はかないではかいではかいではのかではかいではかいではかいではかいではかいではかいではかいではかいではかいます。 ・ ないないではかいます。 ・ はいいではないではないではないではないではないではないではない。 ・ はいいではないではないではないではないできないできないである。

すなわち本発明は、原料油脂を結晶画分(F) と液体画分(L)に分画し、結晶画分(F)を 昇温して一部融解した後、当該画分(F)を固 10 液分離することを特徴とする油脂の乾式分別 方法である。液体画分(L)をさらに結晶画分 (LF)と液体画分(LL)に分画し、 分(LF)を昇温して一部融解した後、 当該画 分(LF)を固液分離することができ、 15 から得られた液体画分(FL)とLF画分から 得られた結晶画分(LFF)とを混合して中融 点画分とすることができる。また、F画分また はLF画分の一部を融解する昇温をしたのち、 かつ当該画分を固液分離する前に、降温処理ま 20 たは、昇温と降温処理、並びに要すれば結晶画 分の分取を反復して、各工程で分画乃至固液分 離される結晶画分と液体画分の重量比率が8 ~ 2 / 2 ~ 8、好ましくは7~3/3~7、及 び各分画の工程により得られる結晶画分中に 2 5

残存する液体成分が分画温度において15重 量%以下、好ましくは10重量%以下となるよ うに実施することが適している。また、結晶画 分(F)がG2U及びこれより高融点のグリセ リドを含有することが好適であり、結晶画分 5 (F)がG2U及びGU2を含有する原料油脂 を晶析・固液分離することにより、G2Uの濃 縮された結晶画分(F)とGU2の濃縮された 液体画分(L)とに分画して得ることができる。 但し、Gは飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、 10 U はシス型不飽和脂肪酸残基であって、G 2 U は G 残基が 2 個、U 残基が 1 個結合したトリグ リセリド、GU2はG残基が1個、U残基が2 個結合したトリグリセリド。このG2Uが1、 3 - ジ飽和 - 2 - 不飽和トリグリセライドで、 15 飽和脂肪酸残基の炭素数が16個から22個 であることが好ましい。原料油脂が植物バター、 エステル交換反応油もしくはそれらを分別し て得られた結晶画分、または異性化硬化油脂で、 異性化硬化油のトランス酸含量が30%以上 20 の油脂の乾式分別方法を骨子とするものであ る。

図面の簡単な説明

25 図1は、乾式分画の流れ図である。

図2は、温度サイクル工程を経た実施例1の結晶画分(FF)結晶画分のDSC測定結果の図である。

5 発明を実施するための最良の形態

以下本発明の実施の形態について説明する。 本発明の原料油脂は、植物バター、エステル交 換反応油もしくはそれらを分別して得られた 結晶画分、または異性化硬化油脂のものが好ま しい。植物バターとしては、例えば、パーム油、 10 大豆油、ナタネ油、コーン油、綿実油、ヒマワ リ油、ヤシ油、シア脂など植物性油脂が挙げら れる。上記油脂類の単独、または混合油脂、あ るいはそれらの部分、及び全水添、エステル交 換などを施したG2U及びGU2を含有する 15 油脂を使用することが好ましく、G2Uの結晶 化温度よりも低く、GU2の結晶化温度よりも 高い範囲で晶析・固液分離することにより、G 2 Uの濃縮された結晶画分(F)とGU2の濃 縮された液体画分(L)に分画し、得られた結 20 晶画分(F)を使用する。結晶画分(F)は溶 剤分別で得たものでも良いが、乾式分別で得た 結晶画分(F)の方が製造設備上、溶剤除去不 要であり簡単に得ることが出来る。

25 また、原料油脂として用いた場合の異性化硬

15

化油とは、油脂を水素添加(硬化)する際に、 シス型不飽和脂肪酸をトランス型不飽和脂肪 酸に異性化すること、或いは、高度不飽和脂肪 酸がモノ不飽和脂肪酸に水素添加される際に 得られる油脂をさす。例えば、天然のオレイン 5 酸はシス型であるが、トランス型になったオレ イン酸はエライジン酸であり、融点はオレイン 酸が約10℃であるのに対し、エライジン酸は 約 4 5 ℃ と 高 く な る 。 つ ま り 、 異 性 化 硬 化 に よ り分子種も増え組成も複雑になるが、トランス 体はシス体の脂肪酸よりも飽和脂肪酸に近い 構造をとり、融点も高くなるためシャープな融 解曲線を有する油脂を作製することができる。 異性化硬化油のトランス酸含量は30%以上 が好ましく、30%未満ではシャープな融解曲 線を有する油脂として得る中融点画分の収量 を期待し難い。このトランス酸含量の測定法は AOCS official Method Ce 1c-89 に準ずる。

G 2 Uは、G は飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、 U はシス型不飽和脂肪酸残基を言い、2 つの飽和またはトランス酸型脂肪酸残基と 1 つのシス型不飽和脂肪酸残基が結合したトリグリセリドで、これより高融点のグリセリド しては、G G G、すなわち 3 つの飽和または トランス酸型脂肪酸残基が結合したトリグリ

セリド、例えば、1,3ージステアロー2ーパルラリセリド(StPSt)及びスをでいる。 DG スをはトラン例を型脂肪酸残基が結合したジグリセリド(St 表にのがいまたはりである。 G2 U及びこれよば G2 のがらで、含有量としては 60 重量%以上のもので、高融点のグリセリド(GGG+Gののびりで、高融点のグリセリド(GGG+Gのので、高融点のグリセリド(GGG+Gのので、高融点のグリセリド(GGGがもので、高融点のグリセリド(GGGがもので、高融点のグリセリド(GGGがもので、高融点のグリセリド(GGGがもので、高融点のグリセリド(GGGがもので、高融点のグリセリド(GGGがもので、高融点のグリセリド(GGGがある。

G2Uを主成分とし、高融点のグリセリドを 少量含有する油脂から高融点のグリセリドを 分画する方法としては、溶剤分別法で溶媒に油 15 脂を加温溶解後、冷却して結晶を析出させて分 画する方法が、または、乾式分別法で油脂を加 熱 完 全 融 解 後 、冷 却 し て 結 晶 析 出 さ せ て 分 画 す る方法が考えられる。しかしながら、高融点の グリセリドの含有量が主成分の含有量に対し 20 て少量の場合、いずれの分別法においても、高 融点のグリセリドを特異的に結晶析出させる ことは非常に困難であるが、本発明の主成分を 含め油脂を固化したものを昇温して一部融解 する方法では、主成分と高融点のグリセリドの 25

持つ液体画分に対する溶解度の差を利用する ことで容易に高融点のグリセリド以外を融解 させ、主成分中から少量の高融点のグリセリド を分離することが出来る。

- 乾式分別は油脂を有機溶剤や水溶液等の溶 5 媒を用いずに調温して固液分離し、原料油脂と 硬さ、融点の異なる油脂を生成分画させ、物性 の多様化や応用の拡大が図れる。固液分離とは 結晶画分から液体画分を分離することであっ て、結晶画分中に一部液体画分が残存すること 10 は構わない。元来、中融点画分は、分別により 結晶画分と液体画分が得られ、次に液体画分を 更に分画することで得られる高融点画分であ るのが通常であり、チョコレートやコーティン グ用等のハードバターへの使用が代表的であ 15 る。そのため体温付近の融点を有するように中 融点画分を分画することで、チョコレート等の ハードバターとして口溶けがよく、利用価値の 高い油脂として用いられる。
- 結晶画分(F)は、ハードバターとして使用することが出来るが、G2U及びこれより高融点のグリセリド(GGG、及びGG-DG)を含有しており、このGGG、及びGG-DGはハードバターの機能を低下させる傾向がある。
   そこで、次に結晶画分を昇温して一部融解する

ことにより、高融点のグリセリドを結晶側に残存濃縮して固液分離する。

固体の融解されていない結晶画分を昇温して一部融解するには、結晶画分を出来るだののこのほのの見からない温度に昇温する。均のに昇温する方法には、例えば外気温度を問じる方法には、例えば外気温度を時間に結晶画分を一に開置する方法がある。この場合、結晶画分(AF)を粗砕、または解砕することで結晶画分(AF)の表面積が大きくなり、均一に昇温するとが出来る。また、攪拌を伴うと更に均一昇温は良好となる。

の分画工程時、結晶画分と液体画分の重量比率が8~2/2~8、好ましくは7~3/3~8的重量比率ではなる。結晶画分中の重量比率がが分を超える場合は、結晶一分中の重量比率が移動を超れては液体画分中で結晶に分が容易ではない。

この発明において工程(1)で得られた結晶 画分(F)、または、工程(2)で得られた液 10 体画分(L)は、各画分の一部を融解する昇温 をして固液分離させるものである。各画分の一 部のみを融解する昇温すると、F画分の場合、 F画分中の結晶画分(FF)が固体として、 たF画分中の液体画分(FL)が液体として固 15 液分離される。これを分画することで、各画分 中の他の画分の残存率を低下させることがで きる。また、LF画分の場合も同様の処理をす ることで各画分中の他の画分の残存率を低下 させることができる。各画分の工程により得ら 20 れる結晶画分中に残存する液体成分は15重 量%以下となるまで、好ましくは10重量%以 下となるまで固液分離することが好適である。 各画分中の他の画分の残存率、特に中融点画分 中の高融点画分、及び低融点画分の残存率を低 25

下させることで、中融点画分をチョコレート等 のハードバター製品として、チョコレートの口 溶け、及びチョコレートの経時的軟化を防ぐこ とができる。各画分の工程により得られる結晶 画分中に残存する液体成分は15重量を超え 5 ると、チョコレートの口溶け、及びチョコレー トの経時的軟化の防止効果が低下してしまう。 結晶画分(F)、または結晶画分(LF)の 各画分の一部を融解する昇温をして固液分離 する方法は、分画した結晶の一部のみが融解す 10 る状態に昇温させることで液体成分を新たに 生成させ、圧搾濾過、吸引濾過等の方法で分画 する。特に、原料油脂が異性化硬化油の場合は、 エライジン酸が生じたため多種の分子種を有 しており、F画分、またはLF画分の一部を融 15 解する昇温をしたのち、当該画分を固液分離す る前に降温処理を実施するとより分画性能を 高めることができる。一部を融解する昇温、及 び当該画分を固液分離する前に降温処理する 温度サイクルとしては、例えば、1日1サイク 20 ル、下限温度に11.5時間保持し、0.5時 間で上限温度まで昇温した後、11. 5 時間上 限温度に保持し、次に0.5時間で下限温度に 降温する等あるが、上限、下限温度に充分晒さ れる時間保存できればよく、1周期時間は例え 25

ば、数10分~数日で実施でき、特には限定さ れない。

サイクルを実施する場合の上限、下限温度は、 例えばDSC(示差走査熱量計)により決定す ることができる。例えば、上限温度は結晶画分 (F)(融解せずに結晶のままDSCにてピー ク温度を確認する)に含まれる高融点画分ピー クの温度とし、下限温度は求める中融点画分の 融点(チョコレート等のハードバター製品とし て約35℃)とする。また、結晶画分(LF) 10 の上限温度は、融解せずに結晶のままDSCに てピーク温度を確認した結晶画分(LF)に含 まれる中融点画分ピークの温度とし、下限温度 はチョコレートの軟化要因となる成分の融点 とする。上限、下限温度は、各画分中に残存す る他の画分の融点に合わせて設定することで、 分画性能が高くなっていくものである。

異性化硬化油の場合は、温度サイクルは1回・ 以上行うのが好ましく、その好ましい回数もD SCの結果から判断することができる。すなわ 20 ち、サイクル後分離分画を行った結晶に再度同 条件の温度サイクルをかけるかの判断は、DS Cを測定することにより可能である。図2に示 す分画後のピークにおいて下限温度以下のピ ーク面積(A)比率が分画後のピーク面積全体 3 5

10

(A + B) に対して 15% 以下 ((A + (A + B)) ×  $100 \le 15$  を満たす)であれば再度分れば再度分れば再度分ればあるよいが、 15% を超えるよう 15% を超えるよびにより 15% になった。 15% となるよう 15% となるよう 15% を超えるものは、 15% を超えるとした。 15% を超えるといる。

昇温、降温処理、並びに結晶画分の分取は、 結晶画分中の残存する液体成分が15重量% 以中の残存することが好ましい。 以下になるまで反復することが好ましい。 降温処理を行った際は、当該画分を降温の 環境温度に保存後(2時間以上保存ができる。 環境温度に保存後(2時間以上とがかきる。 上搾濾過にて分画を行うことがからる。 上搾濾過とは圧力をかけて結晶画かっプレで 画分を分画する方法であり、フィレる 面分を分画する。 上のは結晶量にあわせて 面分をかけて結晶量にあわせて 面分をかけておい。

また、結晶画分を昇温して一部融解させることにより、高融点のグリセリドが結晶側に濃縮し、それを固液分離することで、この高融点の 25 グリセリドを分画することが出来る。結晶画分

中のG2 Uが1, 3-ジ飽和-2-不飽和トリ グ リ セ ラ イ ド ( S U S : S = 飽 和 脂 肪 酸 残 基 、 U = シス型不飽和脂肪酸残基) である場合、S USとSSS及びSS-DGを従来の乾式分 別 法 、 す な わ ち 全 部 を 融 解 後 、 冷 却 、 固 化 に よ 5 り分画することは非常に困難であった。従来の 乾 式 分 別 法 で 、 結 晶 画 分 を 全 部 融 解 後 、 冷 却 し て高融点のグリセリド(SSS)を析出させて 固液分離した場合、SUSが経時的に結晶析出 し、液体側に品質の低下、収率の低下、及びフ 10 ィルタープレスによる固液分離が困難となる。 S U S の 飽 和 脂 肪 酸 残 基 ( S ) と し て は 、 炭 素 数 が 1 6 個 か ら 2 2 個 の も の ( C1 6 : パ ル ミチン酸、 C 1 8 : ステアリン酸、 C 2 0 : ア ラキジン酸、C22:ベヘン酸)で、シス型不 15 飽和脂肪酸残基(U)としては、二重結合の数 には限定されないが、特には、二重結合の数が 1個のオレイン酸が好ましい。SUSとしては、 1,3-ジステアロ-2-オレオイルグリセラ イド (StOSt)、1,3-ジパルミトイル 20 - 2 - オレオイルグリセライド (POP)、1 - パルミト、3 - ステアロ-2 - オレオイルグ リセライド(POSt)が挙げられる。昇温温 度はG2Uを融解するが、それより高融点のグ リセリドは融解せず、両者が固液分離できるよ 25

10

15

20

うな昇温を行う。また、グリセリドの分ででいるは良く、例えば、Sは良く、例えば、Sには合いで場合、昇温して一部融解させる。40℃未満する。40℃未満すてる。40℃未満すてるが、と解して固液分を固化して固液分を含むがします。昇温すると、Sにの分を含む、ターで作業すると、Sにの分を含むで作業すると、Sにの分を含むで作業すると、Sにの分を含むで作業すると、Sにの分を含むで作業すると、Sにの分を含むになる。また、POPを多いる。場合は、27℃~30.5℃が適している。また、POPを多いる。

25 本 発 明 の 中 融 点 画 分 は 、チョコ レー ト 等 の ハ

ードバター製品として使用することができる。 ハードバター製品として使用する場合の中融 点画分の融点は30℃~35℃が好ましい。 また、異性化硬化油を原料とした中融点画分の また、異性化硬化油を原料とした中融点型チョング型 レートに用いられることができ、板状チョコレート、ビスケット等の焼き菓子へのコチョン シグチョコレート等に利用できる。本発明の中 融点画分を使用した板状チョコレート 融点 ロ分を使用した板状チョコレーテ 10 イングチョコレート等は良好な口溶けを有し、 経時的軟化の起こらないものを得ることがで きる。

昇温操作後の固液を分画する方法は、圧搾、吸引濾過、自然濾過、遠心分離等、固体と液体15を分離する方法であれば、特に限定はされないが、求める結晶画分、液体画分の収率、及の際の圧力(圧搾)度合は、結晶画分と液体画分が分画され、結晶画分が圧力によって融解しないのよう調整すれば良く、特に限定はない。また、分画する際のフィルターのメッシュ度合にいいても、結晶画分の粒径に合わせて選択すれば良く、特に限定されない。

#### 25 実施例

以下本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明の実施例はこれに限られるものではない。

#### 実 施 例 1

- 油脂としてパームオレインを用い、異性化硬化処理を行って、トランス酸を40.3%含有する異性化硬化パーム油(IV=52.9)を得た。異性化硬化処理は、水素圧0.2 KG/cm²、温度200℃、硬化触媒にメチオニンを10 使用して行った。異性化硬化パーム油を60℃で完全融解した後、23rpmで攪拌させながら25℃に12時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分(F)と液体画分(L)を得た。結晶画分(F)の収率は54%だった。
- 15 この結晶画分をDSC測定(サンプル量:1 0 mg、測定温度:0℃~60℃、昇温速度:5℃/min、測定装置:SHIMAZU DSC50)を行った結果から、温度サイクル(35℃~45℃)の環境下において、1日1サイ20 クル(下限温度に11.5時間保存し、0.5時間で上限温度まで昇温した後、11.5時間上限温度に保存し、次に0.5時間で下限温度に保存し、次に0.5時間で活品直接に保存し、次に0.5時間で活品直接に降温する)行った後、下限温度で結晶画分を2時間以上保存した後、35℃で圧搾濾過を行25 い、中融点画分量の減少した高融点画分の結晶

画分(FF)と液体画分(FL)が得られた。 次に液体画分(L)を60℃で完全融解した後、 2 3 rpm で 攪 拌 さ せ な が ら 1 5 ℃ に 1 2 時 間 放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分(L F)と液体画分(LL)を得た。結晶画分の収 5 率は60%だった。同様にDSC測定結果から、 温度サイクル (18℃~28℃)の環境下にお い て 、 1 日 1 サ イ ク ル 行 っ た 後 、 1 8 ℃ で 圧 搾 濾過を行い、低融点画分量の減少した中融点画 分の結晶が得られた。温度サイクルは2回行っ 10 た。最初に得られた液体画分(FL)と次に得 られた結晶画分(LF)を混合したものを中融 点画分とした。得られた高融点画分(FF)、 中 融 点 画 分 ( F L + L F )、低 融 点 画 分 ( L L ) の 収 率 は 順 に 2 6 %、4 3 %、3 1 % で あっ た。 15 比較例1

実施例1と同様の原料を60℃にて完全融解させた。原料油脂:N-ヘキサン=1:4(重量比)の割合で混合し、5℃まで冷却した後分20離分画を行い、結晶画分(高融点画分)と液体画分を得た。次に分画した液体画分を-23℃まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分(中融点画分)と液体画分(低融点画分)を得た。得られた高融点画分、中融点画分、低融点画分の収率は順に20%、55%、25%であった。

## 比 較 例 2

5

10

実施例1と同様の原料を60℃にて完全融解させた。原料油脂:N-ヘキサン=1:4(重量比)の割合で混合し、0℃まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。次に分画した液体画分を-19℃まで冷却した後分離分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。得られた高融点画分、中融点画分、低融点画分の収率は順に40%、28%、32%であった。

#### 比較例3

実施例1と同様の原料を60℃にて完全融解させた。これを23rpmで攪拌させながら34℃に12時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。次に液体画分を60℃で完全融解し、液体画分:低融点画分(実施例1で得られたもの)=2:3(重量比)の割合で混合し、23rpmで攪拌させながら20℃に12時間放置し、吸引濾過にて分画を行い、結晶画分と液体画分を得た。得られた高融点面分、中融点画分、低融点画分の収率は順に23%、47%、30%であった。

実施例1、比較例1、2、3より得られた中 融点画分を温度サイクル(17℃~30℃、2 25 5℃~35℃)のかかる環境下において、1日 1 サイクルで昇温と降温を行った後、5℃に冷却したサンプルにつき、DSCにて中融点面分に混在する高融点面分および低融点面分の重量比率を確認した。結果は表1に示すとおりであり、実施例1の中融点面分に混在する高融点部、低融点部量は比較例1,2,3に比べて少ないものであった。

#### 表 1

5

中融点画分に混在する高融点部量、低融点部量の比較

			10 4	
	実施例 1	比較例 1	比較例2	比較例3
高融点部量	_	15. 3	_	24. 2
中融点部量	88.8	68.6	87. 9	59.9
低融点部量	11.2	16. 1	12. 1	15. 9
The world by the con-				

\*高融点部量:35℃以上にピークを有する部分の全体に対する面積比

\*中融点部量:18℃~35℃までにピークを有する部分の全体に対する面積比

\*低融点部量:18℃未満にピークを有する部分の全体に対する面積比

上記、実施例 1 、比較例 1 、比較例 2 、比較例 2 、比較例 3 の中融点画分を用いて表 2 の配合を記憶法に従ってそれぞれチョコレート生地を3 0 分冷却して、チョコレートを得た。その後、15 1 週間、20℃保存後、官能評価(ロルームを行った。耐ブルーム性テストを行った。耐ブルームをテストは1日1サイクル(17℃~30.5℃)変化する環境下でブルーム発生の状態をまた10 た。結果は表 3 に示すとおりであり、また10 施例 1 の中融点画分は溶剤分別により

た比較例1、2、3と比べて明らかに口溶けの良好なものであった。

## 表 2

チョコレート配合	(重量部)
カカオマス	9. 0
ココアパウダー	2. 3
全脂粉乳	7. 0
脱脂粉乳	7. 0
粉糖	46.7
中融点画分	28.0
レシチン	0.4

## 5 表 3

チョコレートの口溶けおよび耐ブルーム性

	147 - 1	1-1-		
	実施例 1	比較例1	比較例2	比較例3
口溶け	0	Δ	0	Δ
耐ブルーム性(4日目)	_	_		_
耐ブルーム性(10日目)	-	_	_	l –
耐ブルーム性(20日目)	-	-	_	_
耐ブルーム性(30日目)	_	_	_	l <u> </u>
耐ブルーム性(60日目)	_	_	l <u> </u>	
耐ブルーム性(90日目)	_	+	_	+
耐ブルーム性(120日目)	+	+	+	+

\*ロ溶け:◎優れる、○良好、△やや劣る \*耐ブルーム性:一良好、+ブルーム発生

以上の結果から原料油脂を分画する工程に おいて、高融点画分、中融点画分、低融点画分 の分画性能を高めることで、特に中融点画分を 10 使用したチョコレート等のハードバター製品 として、チョコレートの口溶けを良好にする油脂を作製することができた。

G2U及びGU2を含有する油脂の製造

表 4

	StOSt	StOO	StStSt	StSt-DG
結晶画分	68. 2%	8. 9%	1. 6%	1. 4%

## 実施例 2

上記23℃で固化させた結晶画分を粗砕し 20 た後、結晶画分全量を溶解槽に入れて加熱融解 させた。溶解槽は、W380mm×L380m m×H400mmのステンレス槽の内部に加熱 コイルを備えたもので、コイル内部に一定温度

の温水を循環出来る構造のものを使用した。結晶画分が43.0℃の温度になるまで昇温させた、攪拌(30rpm)をしながら、一プルターはにのがら、クイルターのででができた。では、固液分離を行い、高融をですが濃縮された結晶側を除去したがではですが濃縮された結晶側を除去したがではででである。では、変体側の高融点のグリセリド、並びに代表的G2U,及びGU2の組成(重量%)組成を表2に示す。

結晶画分が40.5℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的G2U,及びGU2
 の組成(重量%)組成を表2に示す。

## 実施例4

結晶画分が44.5℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶20 側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的G2U,及びGU2の組成(重量%)組成を表2に示す。

#### 比較例4

結晶画分が39.0℃の温度になるまで昇温 25 させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離 を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的 G 2 U,及び G U 2 の組成(重量%)組成を表 2 に示す。

5 比較例 5

結晶画分が46.0℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例1と同様に固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側の高融点のグリセリド、並びに代表的G2U,及びGU2の組成(重量%)を表2に示す。

# 液体側組成

表 5

10

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例 1	比較例2
昇温温度	4 3. 0℃	40.5°C	44.5℃	39. 0℃	46.0℃
StSt-DG	0.7	0.8	0. 9		1. 4
StStSt	0.6	0. 6	0.8		1. 6
StOSt	69. 2	69. 5	68.5		68. 2
StOO	8. 5	8. 6	8. 7		8. 9

比較例4では、昇温温度が低く固液分離できな 15 かった。また、比較例5では昇温温度が高く、 完全融解し、固液分離できなかった。

実施例2、3、4は、高融点のグリセリドの分画が良好に出来た。

チョコレートテスト

20 上記の実施例2~4、及び比較例5を用いて

チョコレートを作成し、口溶け等の品質を確認した。チョコレートは定法に従って作成した。

チョコレート配合	(重量部)
カカオマス	15.0
全脂粉乳	20.0
粉糖	45.0
検討油脂	20.0
レシチン	0.4
バニリン	0.02

\*検討油脂 : 結晶画分(実施例 2 ~ 4 、及び比較例 5 ) /パーム分別油 = 4 5 / 5 5 チョコレートのモールド成型品を 2 0 ℃、1 週間保存後、5 人のパネラーにて官能評価を行った。結果を表 6 に示す。表 6

テスト品	官能	評価
	噛み出し	口溶け
実施例 1	0	0
実施例2	0	0
実施例3	0	0
比較例2	Δ	×

評価 : ◎~○ 良好 △ やや不良 × 不良

## 実施例 5

パーム油から乾式分別法において得られた パーム中融点画分(PMF: POP含量46. 5 %、 P P P 含量 1 . 3 1 % ) に含有する高融 5 点のグリセリド(PPP:トリパルミテイトグ リセロール)の分画を行った。分画方法は次の 通りである。冷却固化させたPMFを粗砕した 後、溶解槽に入れて加熱融解させた。加熱融解 に使用した溶解槽は、ステアリン酸エチルエス 10 テルとハイオレイックヒマワリ油に 1,3位特 異性を有するリパーゼを触媒としてエステル 交換反応に使用したものを用いた。РМFが2 9.0℃の温度になるまで昇温させた後、一定 時間(約1時間)保持を行い、フィルタープレ 15 スにて圧搾濾過し、固液分離を行った。液体側 に含まれるPOP、及びPPPの組成(重量%) を表7に示す。

## **寒施例6**

5

PMFが29.1℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例4と同様固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側に含まれるPOP、及びPPの組成(重量%)を表7に示す。実施例7

PMFが30.0℃の温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例4と同様固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側に含まれるPOP、及びPPの組成(重量%)を表7に示す。比較例6

PMFが26.5℃の温度になるまで昇温さ 15 せたこと以外は、実施例4と同様固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を 除去した液体側を得た。液体側に含まれるPO P、及びPPPの組成(重量%)を表7に示す。 比較例7

P M F が 3 0 . 7 ℃ の 温度になるまで昇温させたこと以外は、実施例 4 と同様固液分離を行い、高融点のグリセリドが濃縮された結晶側を除去した液体側を得た。液体側に含まれる P O P、及び P P P の組成(重量%)を表 7 に示す。

25 表 7

	実施例4	実施例5	実施例6	比較例3	比較例4
昇温温度	29.0℃	29.1℃	30.0℃	26.5°C	30.7°C
POP	46.4	46.3	46.3	44.2	46.4
PPP	0.57	0.49	0.85	0.58	1.18

実施例 5 ~ 7 は、PPP含量が 1 . 0 %以下となり、高融点のグリセリドを分画す 1 . 0 %以西 分 で 2 %以下 出来た。比較例 3 は、PPP含量は 1 . 0 %以画 分 で 3 は、PPP が 低 で 3 はに で 3 を 4 が で 3 は で 3 を 6 . 5 ℃で は か 6 を 5 を 6 . 5 で 8 か 6 を 6 を 6 を 7 が 高 く、圧搾濾過が充分に出来なかた。

## 10 比較例8

離で高融点のグリセリドを分離した。フィルタ ープレスで固液分離したところ、目詰まりして 運転困難であった。分離後の液体側の高融点の グリセリド、並びに代表的G2U,及びGU2 の組成(重量%)の結果を表8に示す。

表 8

	比較例 5
StSt-DG	0.8
StStSt	0. 9
StOSt	68.5
StOO	8. 7

比較例8は、高融点のグリセリド(StSt - D G、及びStStSt)の分離は含有量の 点から実施例1~3と同等の除去が出来てい 10 るが、比較例5の分離作業上、遠心分離による 固液分離している間、経時的に結晶の析出が起 こり、液体側の収率が実施例2~4に比べ、3 割程度低くなった。

産業上の利用可能性

15

以上のように、油脂の乾式分別方法において、 結晶画分を昇温して一部融解した後、固液分離

することで、結晶画分の分画性能を高めることが出来、特に中融点画分の口溶けや経時的な融点低下を防ぎ、ひいてはこれを使用したチョコレート等のハードバター製品用として、品質の良好なチョコレートを得ることが出来る。

15

20

## 請求の範囲

- 1. 原料油脂を結晶画分(F)と液体画分(L) に分画し、結晶画分(F)を昇温して一部 融解した後、当該画分(F)を固液分離す ることを特徴とする油脂の乾式分別方法。
- 2. 液体画分(L)をさらに結晶画分(LF) と液体画分(LL)に分画し、結晶画分(L F)を昇温して一部融解した後、当該画分 (LF)を固液分離する請求項1記載の分 別方法。
  - 3. F 画分から得られた液体画分(FL)とLF 画分から得られた結晶画分(LFF)とを混合して中融点画分とする請求項2記載の分別方法。
    - 4 · F画分の一部、またはLF画分の一部を融解する昇温をした後、かつ当該画分を固液分離する前に、降温処理を実施する請求項 1、又は2記載の分別方法。
    - 5 . 昇温と降温処理、並びに要すれば結晶画分の分取を反復する請求項 4 記載の分別方法。

٠

6. 各工程で分画乃至固液分離される結晶画 分と液体画分の重量比率が8~2/2~

15

8 である請求項1、又は2記載の分別方法。

- 7. 結晶画分と液体画分の重量比率が7~3/3~7である請求項6記載の分別方法。
- 8. 各分画の工程により得られる結晶画分中 に残存する液体成分が分画温度において 15重量%以下である請求項1、又は2記載の分別方法。
- 9. 各分画の工程により得られる結晶画分中 に残存する液体成分が分画温度において 10 1 0 重量%以下である請求項8記載の分 別方法。
  - 10.結晶画分(F)がG2U及びこれより高融点のグリセリドを含有する請求項1記載の分別方法。但し、Gは飽和またはトランス酸型脂肪酸残基、Uはシス型不飽和脂肪酸残基であって、G2UはG残基が2個、U残基が1個結合したトリグリセリド。
- 1 1 . 結晶画分(F)がG 2 U及びG U 2 を含有する原料油脂を晶析・固液分離することにより、G 2 Uの濃縮された結晶画分(F)とG U 2 の濃縮された液体画分(L)とに分画して得た結晶画分(F)である、請求項1、又は1 0 記載の分別方法。
- 但 し、G は 飽 和 ま た は ト ラ ン ス 酸 型 脂 肪 酸 残 基、U は シ ス 型 不 飽 和 脂 肪 酸 残 基 で あっ

て、GU2はG残基が1個、U残基が2個結合したトリグリセリド。

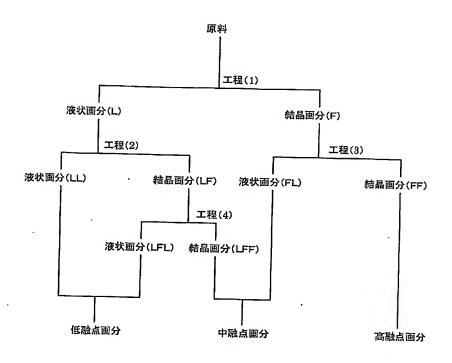
- 1 2 . G 2 Uが 1、3-ジ飽和-2-不飽和トリグリセライドである請求項 1 0、又は 1 1 記載の分別方法。
- 13.飽和及び不飽和脂肪酸残基の炭素数が16個から22個である請求項12記載の分別方法。
- 14. 原料油脂が植物バター、エステル交換反応油もしくはそれらを分別して得られた結晶画分、または異性化硬化油脂である請求項1、又は11記載の分別方法。
  - 1 5 . 原料油脂がトランス酸含量 3 0 %以上の 異性化硬化油である請求項1、又は11記載の分別方法。

15

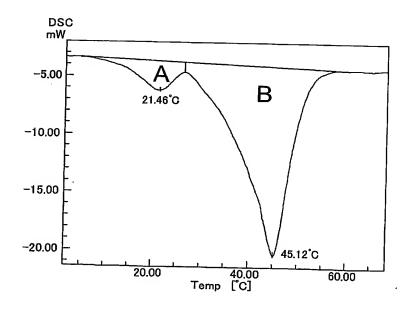
5

1/1

第1図



第2図



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/12446

			PC/I/J	P03/12446
A. CLAS Int	SSIFICATION OF SUBJECT MATTERCl <sup>7</sup> C11B7/00, A23D9/00	<u> </u>		
	to International Patent Classification (IPC) or to both	national classification and I	PC	
	DS SEARCHED			
	documentation searched (classification system follows . C1 <sup>7</sup> C11B7/00, A23D9/00			
	ation searched other than minimum documentation to			
JICS	data base consulted during the international search (na ST FILE (JOIS), SHOKUHINKANRENE	ame of data base and, where p BUNKENJOHO (SHOKUM	practicable, sear NETTO) (i	rch terms used) n Japanese)
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category*	Citation of document, with indication, where	appropriate, of the relevant p	assages	Relevant to claim No.
A	DEFFENSE Etienne. Dry fracti in 2000, Eur.J.Lipid Sci.Tec No.3, pages 234 to 236	chnol., 2000, Vo	ogy 1.102,	· 1–15
	GB 2220672 A (Fuji Oil Co., 17 January, 1990 (17.01.90), Claims & US 5045243 A & J	Ltd.),		1-15
A .	WO 96/5279 A1 (QUEST INTERN 22 February, 1996 (22.02.96) Page 7, example 2 & EP 776357 A1 & US & JP 9-511949 A	ATIONAL B.V.), , S 5874599 A		1–15
× Furthe	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family an	· ·	
Special docume consider date docume cited to special r docume means docume than the Date of the ac 0.5 Ja	categories of cited documents: ant defining the general state of the art which is not red to be of particular relevance document but published on or after the international filing ant which may throw doubts on priority claim(s) or which is establish the publication date of another citation or other reason (as specified) ant referring to an oral disclosure, use, exhibition or other ant published prior to the international filing date but later priority date claimed citual completion of the international search anuary, 2004 (05.01.04)	"T" later document publish priority date and not in understand the principl document of particular considered novel or car step when the documen	ed after the international search	application but cited to lying the invention imed invention cannot be d to involve an inventive limed invention cannot be when the document is ocuments, such killed in the art mily  report
Vame and ma Japan	olling address of the ISA/ nese Patent Office	Authorized officer		
acsimile No.		Telephone No.		ĺ

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

A EP 6 27 O Clai & US Divi 17 S Clai & EP & JP A HASH Hard in C No.5	4438149 A 556972 A (Van sion of Conopo eptember, 1996 ns 399597 A1 3-41195 A  IMOTO et al., Palm Midfract nocolate, J.Am , pages 455 to	den Bergo, Inc.), (17.09.9)  Preparation and In.Oil Chem	JP 57-1776 h Foods Co 66), GB 8911819 on of Sha	550 A  O.,  O A  rp-Melting  Hard Butt		1-15 1-15
A US 5 Divi 17 S Clai & EP & JP A HASH Hard in C No.5	ctober, 1982 ( ns 4438149 A 556972 A (Van sion of Conopce eptember, 1996 ns 399597 A1 3-41195 A  IMOTO et al., Palm Midfract hocolate, J.Am , pages 455 to ENSE Etienne.D	den Bergo, Inc.), (17.09.9)  E ( Preparation and Incoil Chem	JP 57-1776 h Foods Co 06), GB 8911819 . on of Sha its Use as	o.,  A  rp-Melting  Hard Butt		1 <b>-1</b> 5
Divi 17 S Clai & EP & JP A HASH Hard in C	sion of Conoposition of Conoposition (1996)  399597 A1 3-41195 A  IMOTO et al., Palm Midfract hocolate, J.Am , pages 455 to  ENSE Etienne.D	Preparaticion and I	06), GB 8911819	A rp-Melting Hard Butt		
A HASH Hard in C No.5	IMOTO et al., Palm Midfract nocolate, J.Am , pages 455 to	ion and I .Oil Chem	ts Use as	Hard Butt		1-15
A DEFF				OI, VOI./O	'	
tren	nology, 1995,	and appl	ications,	Lipid		1-15
		•				
	•					
		,				•
				•		
				•		

#### 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP03/12446

A. 発明の Int. C	属する分野の分類(国際特許分類(I P C)) 1 <sup>7</sup> C11B7/00, A23D	9/00	
B. 調査を 調査を行った Int. C	「行った分野 最小限資料(国際特許分類(IPC)) l <sup>7</sup> CllB7/00, A23D	9/00	
最小限資料以	外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
	用した電子データベース(データベースの名称 Γファイル(JOIS),食品関連文献情報(金		
C. 関連する	ると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*			関連する
	引用文献名 及び一部の箇所が関連する		請求の範囲の番号
<b>A</b>	DEFFENSE Etienne. Dry fractionation Lipid Sci. Technol., 2000, Vol. 102, 1	on technology in 2000, Eur. J. No. 3, p. 234-236	1-15
Α	GB 2220672 A(Fuji Oil Company Lin 範囲&US 5045243 A&JP 2-14290 A	nited)1990.01.17,特許請求の	1-15
Α	WO 96/5279 A1 (QUEST INTERNATIONAL 施例 2 & EP 776357 A1 & US 5874599 A8	L B. V. )1996. 02. 22, 第7頁実 JP 9-511949 A	1-15
X C欄の続き	にも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別	紙を参照。
もの 「E」国際出版 以後に2 「L」優先権主 日本献(選 「O」口頭によ	Dカテゴリー 型のある文献ではなく、一般的技術水準を示す 質日前の出願または特許であるが、国際出願日 表表されたもの 三張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 は他の特別な理由を確立するために引用する 理由を付す) こる開示、使用、展示等に言及する文献 質日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表さ出願と矛盾するものではなく、発の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当の新規性又は進歩性がないと考え 「Y」特に関連のある文献であって、当上の文献との、当業者にとって進歩性がないと考えられる「&」同一パテントファミリー文献	等明の原理又は理論 ・一・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
国際調査を完了	した日 05.01.2004	国際調査報告の発送日 20.1.	20.04
日本国	0名称及びあて先  特許庁(ISA/JP)  復番号100-8915  3千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 近 藤 政 克 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・	4 V 9 7 3 4 内線 3 4 8 3



国際出願番号 PCT/JP03/124.46

C (競き).       関連すると認められる文献         別用文献名       及び一部の箇所が開連するときは、その関連する箇所の表示       開連する 請求の範囲の背号         A PS 63389 AI (INILEVER NV) 1982. 10. 27, 特許請求の範囲を以り 9 A&P 57-177650 A       1 - 1 5         A US 5556972 A(Van den Bergh Foods Co., Division of Conopco, In c.) 1996. 09. 17, 特許請求の範囲をいり 399597 Al&GB 8911819 A&JP 3 -41195 A       1 - 1 5         A HASHIMOTO et al. Preparation of Sharp-Melting Hard Palm Midfraction and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J. Am. 0il Chem. Soc., 2001, Vol. 78, No. 5, p. 455-460       1 - 1 5         A DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in products and applications, Lipid Technology, 1995, Vol. 7, No. 2, p. 34-38       1 - 1 5			01/ 11 03/	1 6 4.4 0
カテゴリー*   引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示   競連する 請求の範囲の番号   A&   EP 63389 A1 (UNILEVER NV) 1982. 10. 27, 特許請求の範囲&US 443814   1-15   A&   US 5556972 A (Van den Bergh Foods Co., Division of Conopco, In c.) 1996. 09. 17, 特許請求の範囲&EP 399597 A1&GB 8911819 A&JP 3 -41195 A   A   HASHIMOTO et al. Preparation of Sharp-Melting Hard Palm Midfr action and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J. Am. Oil Che m. Soc., 2001, Vol. 78, No. 5, p. 455-460   A   DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in produc 1-15				
A EP 63389 A1 (UNILEVER NV) 1982. 10. 27, 特許請求の範囲&US 443814 1-15 9 A&JP 57-177650 A  US 5556972 A(Van den Bergh Foods Co., Division of Conopco, In c.) 1996. 09. 17, 特許請求の範囲&EP 399597 A1&GB 8911819 A&JP 3 -41195 A  A HASHIMOTO et al. Preparation of Sharp-Melting Hard Palm Midfr action and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J. Am. 0il Che m. Soc., 2001, Vol. 78, No. 5, p. 455-460  A DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in produc 1-15		引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連す	る箇所の表示	
A HASHIMOTO et al. Preparation of Sharp-Melting Hard Palm Midfr action and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J. Am. Oil Chem. Soc., 2001, Vol. 78, No. 5, p. 455-460  A DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in produc 1-15	A	EP 63389 A1 (UNILEVER NV) 1982. 10. 27, 特許請求の節	囲&US 443814	
action and Its Use as Hard Butter in Chocolate, J. Am. Oil Che m. Soc., 2001, Vol. 78, No. 5, p. 455-460  DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in produc	A	C.) 1996.09.17,特許請求の範囲&EP 399597 A1&GB 89	Conopco, In 11819 A&JP 3	1-15
DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation: trends in produc ts and applications, Lipid Technology, 1995, Vol. 7, No. 2, p. 34-38  1-15	A	action and Its Use as Hard Butter in Chocolate. J.	d Palm Midfr Am.Oil Che	1-15
	A	DEFFENSE Etienne. Dry multiple fractionation:trend ts and applications, Lipid Technology, 1995, Vol. 7, N	ls in produc No. 2, p. 34-38	1-15
		·		
		, and the second		
		•		,
				,